

A2

**DEMANDE
DE CERTIFICAT D'ADDITION**

(21)

N° 79 19347

Se référant : au brevet d'invention n° 76 20389 du 2 juillet 1976.

(54)

Procédé de préparation de charbon actif.

(51)

Classification internationale (Int. Cl. ³). C 01 B 31/10.

(22)

Date de dépôt..... 26 juillet 1979.

(33) (32) (31)

Priorité revendiquée :

(41)

Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 7 du 13-2-1981.

(71)

Déposant : AMERICAN MINECHEM CORP., résidant aux EUA.

(72)

Invention de : Leonard Messer.

(73)

Titulaire : *Idem* (71)

(74)

Mandataire : Cabinet Harlé et Léchopiez,
21, rue de La Rochefoucauld, 75009 Paris.

Certificat(s) d'addition antérieur(s) :

La présente addition concerne la préparation de charbon actif ayant une surface spécifique élevée, une teneur élevée en composés carbonés et des granules dont la taille et le tassement sont uniformes selon le brevet principal

5 76.20.389 déposé le 2 Juillet 1976.

Le charbon actif est une forme amorphe de carbone qui est spécialement traité pour obtenir une surface spécifique très élevée, généralement de l'ordre de $300 \text{ à } 2000 \text{ m}^2/\text{g}$. Cette surface spécifique élevée signifie que la structure interne des pores a été très hautement développée. C'est
10 cette structure qui permet d'obtenir du charbon actif capable d'absorber des gaz et des vapeurs dans des gaz, et des substances dissoutes ou dispersées dans des liquides. Le charbon actif élimine les couleurs, les odeurs et les sa-
15 veurs indésirables des gaz ou des solutions en absorbant les impuretés indésirables sur ses surfaces. Le charbon actif est vendu dans le commerce sous deux formes : sous forme de poudre légère généralement utilisée pour décolorer, et sous forme de granules ou de pastilles dures et denses générale-
20 ment utilisées pour l'adsorption de vapeur.

On peut préparer le charbon actif à partir de presque toutes les matières carbonées d'origine animale, végétale ou minérale par traitement approprié. Le charbon actif a été préparé à partir de sang, de viande et d'os d'animaux;
25 il a été préparé à partir de matières végétales telles que les bois durs, les bois tendres, le rachis de maïs, le varech, les grains de café, les cosses de riz, les parties internes de fruits, les coquilles de noix, (en particulier les coquilles d'arachide), la bagasse et la lignine; on peut
30 aussi le préparer à partir de matières minérales telles que la tourbe, le lignite, les charbons durs et tendres, les goudrons et les poix, le bitume, les résidus de pétrole et les noirs de carbone. Cependant, pour des raisons d'économie, on utilise généralement les os, le bois, la tourbe, le lignite,
35 et les résidus de papeterie (lignine) pour la préparation de carbone en poudre, et les coquilles d'arachides, le char-

bon, la tourbe et les résidus de pétrole pour la préparation de carbone granulaire.

Indépendamment de la matière brute ou de la forme du produit, le charbon actif est généralement préparé par l'une des deux méthodes suivantes : l'activation chimique ou gazeuse. L'activation chimique dépend de l'action de composés minéraux tels que le chlorure de zinc ou l'acide phosphorique qui sont présents naturellement ou ajoutés à la matière première pour dégrader ou déshydrater les molécules organiques pendant la carbonisation ou la calcination. L'activation gazeuse dépend de l'oxydation sélective de la matière carbonée avec l'air à basse température ou avec la vapeur d'eau, l'anhydride carbonique, le gaz de carneau, le chlore ou des gaz équivalents ou des vapeurs à haute température. L'oxydation est généralement précédée d'une carbonisation primaire de la matière première.

Le pouvoir d'adsorption du charbon actif varie directement avec 1) la pureté en carbone de la matière activée et 2) la surface spécifique par unité de poids de la matière activée. Le pouvoir d'adsorption sera d'autant plus élevé que la pureté est élevée et que le volume par unité de poids de charbon actif est élevé. Il faut tenir compte également pour le carbone granulaire de la résistance à l'écoulement du fluide ou du gaz par unité de poids de charbon actif. Un charbon actif granulaire se présente sous la forme d'un lit tassé, et le gaz ou le liquide à purifier passe à travers ce lit tassé. Le pouvoir d'adsorption du charbon activé est d'autant plus élevé que la quantité de gaz et de liquide qui passe à travers une unité de poids de charbon activé pendant un temps donné est plus élevée. Le passage très uniforme du gaz ou du liquide à travers le charbon activé contribue également à l'augmentation de ce pouvoir d'adsorption. Pour le carbone granulaire il faut également que les granules aient une force suffisante à l'état brut et à l'état fini pour permettre de les manipuler automatiquement dans des fours lors du séchage, de la carbo-

nisation et de l'activation et pour la formation du lit de charbon actif.

Les procédés de préparation de charbon actif sont donc conçus 1) pour diminuer la teneur en produits non carbonés, 2) pour accroître la surface spécifique par unité de poids et 3) pour procurer du carbone granulaire dont la taille et le tassement sont plus uniformes et dont la forme est sphérique. Par exemple, le charbon et le lignite (par exemple la houille brune) permettent d'obtenir un charbon actif plus pur si on les traite au préalable avec de l'acide chlorhydrique pour éliminer la cendre et si on les carbonise ensuite pour éliminer les hydrocarbures chlorés, (voir le brevet US 2.040.931 et l'Article Ind. Eng. Chem. 38 7, 745 (1946). De manière similaire, on a traité le charbon pour augmenter la surface spécifique par unité de poids (voir brevet US 3.483.134) et on peut utiliser également le goudron de houille, le coke provenant de four et le brai de goudron de bois pour former des granules sphériques de taille pratiquement uniforme (voir brevets US 1.478.986, 2.008.145, 3.533.961 et 3.623.999.)

La présente addition concerne un procédé simplifié de préparation d'un charbon actif amélioré à partir de matière telle que le charbon. Ce procédé permet d'obtenir du charbon actif bon marché ayant une teneur élevée en carbone, une surface spécifique élevée par unité de poids et une taille et un tassement de granule uniformes de même qu'une forme généralement sphérique.

La présente addition concerne un procédé de préparation de charbon actif bon marché et particulièrement du charbon actif granulaire ayant une teneur élevée en carbone et une surface spécifique élevée par unité de poids. Ce procédé permet, en outre, de préparer des granules de charbon actif dont la taille et le tassement sont plus uniformes et réglés. Les granules ont une forme généralement sphérique.

Conformément au procédé de l'addition, on commence par disperser des fines particules carbonées et non carbo-

nées, telles que des fines particules de charbon, dans un liquide de suspension, de préférence dans l'eau, pour former une bouillie contenant au moins 60% en poids de liquide de suspension. De préférence, la grosseur moyenne des particules est inférieure à 150 microns, avantageusement elle est supérieure à 5 microns. On peut avantageusement former la bouillie en broyant une matière carbonée et non carbonée telle que le charbon de mine, dans un appareil approprié de broyage et en malaxant des fines particules broyées de matière carbonée et non carbonée avec de l'eau. En variante, la bouillie contenant des fines particules carbonées et non carbonées peut être le résidu d'un autre traitement, par exemple le sous-écoulement aqueux d'une usine classique de lavage du charbon, ou le dépôt de bouillie et le résidu d'un bassin décanteur d'une usine de lavage du charbon. Dans tous les cas, lorsqu'on utilise le charbon, c'est un charbon du type non agglomérant tel que le connaissent les fabricants de coke.

On ajoute à la bouillie un liquide à écoulement libre liquide en dessous de 80°C et de préférence de 20°C, lyophobic vis-à-vis du liquide de suspension et des fines particules non carbonées et lyophile vis-à-vis des fines particules carbonées pour former un mélange dans lequel moins de 20% en poids et de préférence moins de 10% en poids du poids total du liquide à écoulement libre et des fines particules carbonées et non carbonées sont un liquide à écoulement libre. Le liquide agglomérant est de préférence un hydrocarbure léger ou un mélange d'hydrocarbures légers et lourds pouvant être volatilisé et/ou carbonisé avec les fines particules carbonées comme on le décrira par la suite, cet hydrocarbure ayant un point d'ébullition initial supérieur à environ 65°C et de préférence supérieur à environ 150°C. Ensuite, de préférence, on agite vigoureusement le mélange pour agglomérer préférentiellement les fines particules carbonées sous forme de petits agglomérats tout en laissant les fines particules non carbonées

(cendre) sous forme sensiblement non agglomérée dans le mélange. Ensuite, on sépare du mélange les petits agglomérats. La taille et le tassement (densité) des agglomérats sont sensiblement uniformes et la taille peut être réglée par la composition et le pourcentage de liquide et par le degré et la durée de l'agitation.

Les agglomérats séparés de fines particules carbonées sont alors carbonisés et activés, de préférence dans un four classique, pour former un charbon actif. D'une manière typique, la carbonisation et l'activation se font dans le même four, l'activation étant précédée d'une carbonisation des agglomérats séparés. On effectue la carbonisation en chauffant les petits agglomérats de fines particules carbonées séparées au-dessus d'environ 400°C et de préférence au-dessus de 500°C. On effectue de préférence l'activation en chauffant les petits agglomérats de particules carbonées séparées à au moins 800°C et de préférence entre 800 et 1000°C en présence d'une matière choisie parmi la vapeur d'eau, le dioxyde de carbone ou le gaz de carneau. En variante, on peut activer les agglomérats par oxydation sélective au moyen de chlore ou de gaz ou vapeurs similaires, à haute température ou par oxydation sélective au moyen d'air à basse température.

On règle étroitement la taille, le tassement (densité) et la forme des granules de charbon actif en réglant l'agglomération des fines particules carbonées pendant l'agitation du mélange. Plus précisément, la taille et la densité des petits agglomérats sont commandés par la composition et les additions du liquide à écoulement libre et par la rapidité et la durée d'agitation du mélange. La forme des agglomérats est généralement sphérique et les agglomérats sont généralement de taille uniforme grâce à la mise en oeuvre du processus d'agglomération.

D'autres détails, objets et avantages de la présente addition seront mis en évidence dans la description suivante qui est faite ci-après à titre illustratif et nullement limitatif sur la base de modes préférés de réalisation

en référence aux dessins annexés sur lesquels :

Fig. 1 illustre schématiquement divers modes de préparation du charbon actif selon l'addition.

Fig. 2 montre schématiquement le fonctionnement de l'appareil utilisé dans les exemples réalisés conformément à l'addition.

On se référera spécialement à la figure 1; on prépare le charbon actif conformément à l'addition en dispersant tout d'abord des fines particules carbonées et non carbonées, de préférence à partir d'une matière carbonée, dans un liquide de suspension pour former une bouillie. La bouillie comprend au moins 60% en poids de liquide de suspension de manière à former des petits agglomérats comme indiqué ci-après. Le terme "fines particules" représente de petites particules dont la taille est de préférence inférieure à 0,600 mm et, mieux encore, inférieure à 0,200 mm. De préférence, la grosseur moyenne des fines particules dispersées dans le liquide de suspension est inférieure à 150 microns. Une matière première préférée est une matière facilement accessible riche en carbone qui, lorsqu'elle est finement divisée en fines particules, contient à la fois des fines particules de matière non carbonée et de matière carbonée. Des matières particulièrement appropriées sont le lignite, le charbon bitumineux, l'anhracite, le noir de carbone, le brai de four à coke et le brai de goudron de bois ayant un point de ramollissement supérieur à 80°C; on préfère plus particulièrement le charbon bitumineux et l'anhracite.

La matière carbonée est le plus favorablement de l'anhracite ou du charbon bitumineux d'un type non agglomérant provenant de la mine, dans lequel les fines particules carbonées sont le charbon et les fines particules non carbonées sont la cendre. Les fines particules de "cendre" sont des petites particules de matières telles que l'argile et le schiste qui apparaissent généralement sous forme de cendre plutôt que sous forme de matières volatiles lors de la combustion complète du charbon. Le "charbon non agglomérant" est connu par les fabricants de coke comme étant

déterminé par le test semi-quantitatif du Plastomètre de Gieseler (ASTM D 1812-69) ou par l'indice de libre gonflement (ASTM D 720-67).

La bouillie peut être obtenue de diverses manières
5 à partir du charbon non agglomérant provenant de la mine. Par exemple, le charbon particulaire 10 peut être amené directement de la mine vers un appareil de broyage 11. Cet appareil il peut être n'importe quel appareil de broyage en vente dans le commerce tel que par exemple un broyeur à
10 boulets.

De préférence, l'appareil 11 est sélectionné de telle sorte qu'il fournisse des fines particules de taille pratiquement uniforme. Pendant le broyage dans l'appareil 11, de l'eau ou un autre liquide de suspension est ajouté pour
15 disperser les fines particules de charbon et de cendre et former la bouillie 13. La bouillie 13 contient moins de 40%, de préférence 5 à 40% et plus particulièrement 20 à 25%, de solides de fines particules carbonées et non carbonées, en poids.

20 En variante, la bouillie 13 peut être un sous-écoulement 14 d'une unité classique de lavage du charbon qui, de manière typique, a une teneur en solides relativement faible, d'environ 5 à 15% en poids dans l'eau. Le sous-écoulement 14 peut être mélangé à une bouillie de rebut 15 de fines parti-
25 cules de charbon et de cendre ayant une teneur relativement élevée en solides, par exemple d'au moins environ 50% de solides en poids, formée par dispersion dans l'eau d'un dépôt d'un bassin décanteur existant situé à côté de l'unité de lavage du charbon. Le mélange du sous-écoulement 14 et de la
30 bouillie de rebut 15 forme une bouillie ^{comprenant} 5 à 40% et de préférence 20 à 25% de solides de fines particules de carbone et de cendre, en poids.

La bouillie 13 est traitée dans l'appareil d'agitation 16 pour agglomérer préférentiellement les fines particu-
35 les carbonées (par exemple charbon) et former des petits agglomérats tandis que les fines particules non carbonées (par exemple cendre) restent sensiblement non agglomérées et

dispersées dans la bouillie. Pour effectuer cette opération, on ajoute à la bouillie 13, à l'entrée de l'appareil d'agitation 16, un liquide à écoulement libre 17 de manière à former un mélange. Le liquide à écoulement libre 17 est liquide en dessous de 80°C, et, en dessous de 20°C, il est lyophile vis-à-vis du liquide de suspension (par exemple l'eau) et des fines particules non carbonées et lyophile vis-à-vis des fines particules carbonées. Le terme "lyophile" tel qu'utilisé dans la description signifie que dans un système dispersé il existe une affinité marquée (mouillabilité) entre un composant dispersé et le milieu de dispersion et/ou un autre composant dispersé. Des exemples sont la glu et l'eau, le caoutchouc et le benzène. Le terme "lyophobe" signifie que dans un système dispersé il n'y a sensiblement aucune affinité (mouillabilité) entre le composant dispersé et le milieu de dispersion et/ou un autre composant dispersé. Des exemples sont les "solutions" colloïdales de métaux.

Le liquide à écoulement libre 17 est de préférence un hydrocarbure liquide qui peut être carbonisé avec les fines particules carbonées comme il sera décrit plus loin. Les matières particulièrement appropriées au liquide à écoulement libre 17 sont des hydrocarbures légers ayant un point d'ébullition initial supérieur à environ 65°C et de préférence supérieur à 150°C. On préfère les huiles légères, des fuel-oils légers, des fuel-oils lourds, le carburant diesel et le kérosène. On peut utiliser également le créosote, l'huile anthracénique filtrée, l'huile anthracénique filtrée et hydrogénée, l'huile de lubrification comme celle qui est connue sous la dénomination commerciale "SAE 20" et les biphényles chlorés. On peut utiliser dans certains cas des hydrocarbures lourds tels que le pétrole brut, le schiste bitumineux brut, le goudron de houille et le brai, à raison de 50% du maximum en mélange avec des hydrocarbures légers mais ces hydrocarbures lourds ne peuvent pas être utilisés seuls ni mélangés en plus grande quantité. De façon typique, les hydrocarbures lourds liquides contiennent des groupes moléculaires lyophiles vis-à-vis des fines particules non car-

bonées ainsi que des fines particules carbonées et, de ce fait, ne procurent pas le degré de séparation des fines particules non carbonées et des fines particules carbonées qui est préféré dans le procédé de la présente addition. En outre, de
5 tels hydrocarbures liquides lourds n'assurent pas une fluidité suffisante pour la mise en oeuvre de la présente addition dans la formation de petits agglomérats.

Le liquide à écoulement libre 17 est sélectionné et ajouté en quantités mesurées pour régler l'agglomération des
10 fines particules carbonées comme décrit ci-après. De préférence, le liquide 17 est ajouté à raison d'environ 20 à 10% en poids, et plus particulièrement à raison de 3 à 7% en poids, par rapport aux matières solides totales de la bouillie 13, pour assurer une forte récupération, par exemple de 88 à 98%
15 en poids, et on peut dans certains cas utiliser des quantités plus grandes, pouvant atteindre mais non dépasser 20% en poids; toutefois, ces quantités plus grandes ne sont pas préférées car, d'une part, on n'obtient pas une agglomération et une liaison suffisantes des fines particules de charbon et,
20 d'autre part, il en résulte un résidu de pétrole ou de goudron de houille hautement raffiné. Il faut ajouter le liquide 17 en quantités inférieures à 20% en poids pour former les petits agglomérats exigés par la présente addition.

Le mélange de la bouillie 13 et du liquide à écoule-
25 ment libre 17 est malaxé et agité dans l'agitateur 16. L'agitateur 16 peut être n'importe quel appareil d'agitation approprié tel qu'un mélangeur à turbine modifié ou un malaxeur rapide à disques ou à cônes. De préférence, cependant, l'agitateur 16 est un réservoir équipé d'une hélice 18 entraînée
30 par moteur et atteignant le fond du réservoir, tel qu'un broyeur primaire. En tout cas, on agite vigoureusement le mélange pour éviter un cisaillement élevé qui nuirait à l'uniformité et à la croissance des petits agglomérats.

Pendant l'agitation dans l'appareil 16, les fines
35 particules carbonées sont de préférence mouillées par un liquide d'agglomération 17 qui est de préférence non miscible à l'eau et les fines particules carbonées s'agglomèrent sous

la forme de particules plus grossières. La taille des agglomérats est essentiellement réglée par la composition et le pourcentage du liquide 17 ajouté à la bouillie 13 et on la règle de manière à obtenir la taille et la densité désirées des granules de charbon actif. Pour le pourcentage préféré qui est de 2 à 10% en poids de petits agglomérats, ceux-ci ont typiquement des tailles d'environ 1 à 2 mm. Le temps nécessaire pour effectuer l'agglomération dépend en général du degré de turbulence ou d'agitation, le temps d'agglomération étant plus court quand la vitesse d'agitation est plus grande. On règle aussi le degré et la durée de l'agitation dans l'appareil 16 de manière à obtenir des agglomérats ayant une taille et un tassement (densité) désirés.

Les petits agglomérats, imprégnés de liquide 17 (généralement moins dense que le liquide de suspension) et portant celui-ci adsorbé sur leur surface tendront à flotter à la partie supérieure du mélange. Le premier mélange aggloméré 19 est donc retiré par le haut de l'agitateur 16 et amené à un séparateur 20 où les petits agglomérats de fines particules carbonées sont séparés des liquides de suspension et des fines particules non carbonées (cendre) non agglomérées, par la taille et/ou par la densité. De préférence, le séparateur 20 est un tamis courbe ayant une ouverture de mailles appropriées, par exemple de 0,147 à 0,074 mm comme celui qui est fabriqué par DSN NV Vederaldse Staatsmijnen. En variante, on peut utiliser d'autres séparateurs tels qu'un séparateur par décantation, un cyclone ou un séparateur en spirale, disponibles dans le commerce. Les petits agglomérats peuvent aussi être séparés dans un réservoir de séparation par liquide de densité intermédiaire où les agglomérats carbonés qui tendent à flotter sont écrémés à l'aide d'une palette à rotation par un trop-plein tandis que l'eau et les fines particules non carbonées non agglomérées, qui tendent à tomber au fond, sont prélevées du fond du réservoir sous forme de bouillie 21 contenant les fines particules non carbonées et pratiquement exempte de fines particules carbonées et de liquide à écoulement libre.

A ce stade, les petits agglomérats séparés 22 de fines particules carbonées, qui contiennent généralement environ 7 à 12% d'humidité, peuvent être traités (non représenté) par un appareil de pastillage pour former des particules plus grosses. Les agglomérats peuvent être pastillés à une taille de particules généralement uniforme de 1,27 à 19,05 mm de diamètre, en amenant les agglomérats à un disque ou tambour avec un liquide de liaison pour former un deuxième mélange et on agite de mélange. En variante, les agglomérats peuvent être agités, extrudés ou moulés autrement en pastilles, après addition d'un liquide de liaison pour former ledit second mélange. Des liquides de liaison particulièrement appropriés à cet effet sont des hydrocarbures lourds tels que le goudron de four à coke, le schiste bitumineux brut, le pétrole brut ou le fuel-oil lourd tel que celui qui est connu sous la dénomination commerciale "Bunker C", de préférence chauffé par exemple à 100°C pour assurer la fluidité. La condition exigée pour le liquide de liaison est qu'il soit capable de carboniser et de produire des boulettes ou des granules cohérents dans lesquels les agglomérats sont liés ensemble avec une force suffisante pour permettre le traitement automatique et la manutention sans effritement sensible. Le but principal du pastillage est d'augmenter la grosseur des agglomérats si on le désire. A ce point de vue, il peut être désirable de sécher ensuite le produit au four, par exemple à 100°C, pour lier le liquide de liaison aux agglomérats et dans ceux-ci. On incorpore également de préférence un accélérateur au liquide de liaison pour accélérer la liaison du liquide de liaison en un temps plus court et/ou à plus basse température.

Que les petits agglomérats 22 de fines particules carbonées soient pastillés ou non, on les envoie au four 23 par une canalisation ou un système similaire. Dans le four 23, on carbonise les petits agglomérats 22 en les chauffant au moins à environ 400°C et de préférence au-dessus de 500°C. Vers la fin du cycle de carbonisation, on active aussi de préférence les agglomérats dans le four 23 en les chauffant

à 800°C et de préférence entre 800 et 1000°C, en présence d'une manière 24 qui peut être la vapeur d'eau, le dioxyde de carbone ou le gaz de carneau. En variante, bien que ce ne soit pas spécialement préféré, on peut utiliser du chlore ou des gaz ou vapeurs similaires, à haute température, 5 ou l'air à basse température, pour oxyder sélectivement et activer les petits agglomérats.

A l'achèvement des cycles de carbonisation et d'activation, on retire du four 23 le charbon actif 25 en tant que produit fini. Le charbon actif 25 est une composition granulaire ayant une taille et un tassement (densité) pratiquement uniformes et une configuration pratiquement sphérique. La taille et le tassement des granules peuvent être réglés avec une précision relative par le choix du liquide 15 à écoulement libre et le réglage de la quantité relative (ou pourcentage) du liquide à écoulement libre exprimée en poids par rapport à la teneur totale en solides de la bouillie utilisée. La taille et le tassement des granules sont aussi régis dans une moindre mesure par la rapidité et la durée de 20 l'agitation du mélange dans l'agitateur. De préférence, on règle les divers paramètres de façon telle que les petits agglomérats aient une taille de 0,150 à 1,20 mm ce qui exige généralement que le liquide à écoulement libre représente 5 à 10% du poids total de solides contenus dans la 25 bouillie, qu'il soit liquide à 20°C et qu'il ait un point d'ébullition initial supérieur à 150°C.

Les exemples non limitatifs ci-après illustrent la mise en oeuvre du procédé selon l'addition.

EXEMPLE I

30 On forme une bouillie aqueuse de charbon à partir d'eau et d'un charbon non cokéfiant broyé ayant une granulométrie inférieure à 0,150 mm. La bouillie a une teneur de 10 à 40% en poids de solides par rapport à l'eau. On mélange la bouillie de charbon à un liquide à écoulement libre sous la forme d'un fuel-oil lourd qui est liquide en 35 dessous de 80°C. La quantité de liquide à écoulement libre utilisée est de 6 à 25% du poids des solides de la bouillie

à laquelle on mélange le liquide à écoulement libre. On maintient le mélange à 38°C tout en l'agitant dans un appareil comme celui que montre la figure 2.

On introduit la bouillie de charbon dans le bas d'un
5 réservoir cylindrique 31 de l'agitateur 30 par une entrée 32 tandis que l'on introduit du liquide à écoulement libre 33 par une entrée 34. Le mélange obtenu est soumis à l'action d'agitation de lames de racleur 35 et de lames d'agitateur 36 reliées à un arbre tournant 37 entraîné par une source
10 motrice (non représentée). A l'arbre 37 est aussi relié le carter cylindrique intérieur 38 prévu pour canaliser le mélange hélicoïdalement à travers l'agitateur 30.

Ainsi, la bouillie de charbon 29 est amenée en continu dans le fond du carter 31 et soumise à une agitation
15 rapide lorsqu'elle s'écoule vers le haut entre le carter cylindrique intérieur de rotation 38 et le carter cylindrique extérieur 31. Par suite de l'action lyophile du liquide à écoulement libre 33 et de l'agitation du mélange, il se forme dans l'appareil 30 des petits agglomérats 39 qui débordent de l'appareil d'agitation 30 par le haut, au des-
20 sus de la sortie 40 munie d'un tamis.

A la sortie 40, les petits agglomérats 39 s'écoulent sur un tamis 41 ayant une ouverture de maille appropriée pour assurer la séparation des agglomérats, de l'eau et des fines particules non carbonées (cendre). Les petits
25 agglomérats 39 ont une grosseur de 1,59 à 6,35 mm lorsqu'ils arrivent au tamis 41. L'eau et les fines particules de cendre traversent le tamis 41 et sont évacuées par l'entonnoir 42.

Les petits agglomérats qui ont une taille et une dureté supérieures à celles des fines de la bouillie de charbon sont obtenus à l'aide de l'appareil d'agitation 30. On diminue également la teneur en matière non carbonée (cendre) des petits agglomérats en comparaison de la teneur de la bouillie de charbon entrant dans l'appareil. Le résultat
35 de ce traitement est indiqué par le tableau I ci-après.

TABLEAU I

Pourcentage de solides en poids :

5	Echantillon de bouillie de charbon	Teneur en cen- dre de la bouil- lie de charbon	Teneur en cen- dre des aggro- mérats	Teneur en li- quide à écou- lement libre des agglomé- rats
1		12,1	7,7	13,6
2		10,4	4,7	19,4
3		21,8	4,7	17,2
4		32,6	5,6	15,0

10

Les petits agglomérats formés comme ci-dessus sont alors placés dans un four électrique et chauffés à 500°C jusqu'à ce qu'ils deviennent rouge terne. Ensuite, de la vapeur d'eau est introduite dans le four et on continue de chauffer à 800°C pour compenser l'effet de refroidissement de la vapeur d'eau. Les agglomérats séparés sont ainsi carbonisés et on les active dans le four 43. Le liquide à écoulement libre 33 se volatilise dans le processus. Ensuite, on retire du four 43 le charbon actif 45 sous forme granulaire.

EXEMPLE II

On introduit à nouveau de la bouillie de charbon 29 dans l'appareil 30, comme indiqué plus haut, tout en maintenant la température de fonctionnement à la température ambiante, au lieu de la température de 38°C utilisée dans l'exemple I. On modifie le liquide à écoulement libre 33 en ajoutant un solvant léger au fuel-oil lourd pour abaisser la viscosité du liquide de façon qu'il s'écoule librement en-dessous de 20°C (température ambiante). La quantité de solvant léger ajoutée est de 10 à 15% du poids de fuel-oil non dilué utilisé.

On exécute les étapes de mélange et d'agitation de la façon déjà décrite à propos de l'exemple I. On exécute les étapes de carbonisation et d'activation dans le four 43 de la façon décrite à propos de l'exemple I. Le charbon actif obtenu 45 a une taille granulaire de tassement sen-

siblement uniforme (dureté) une taille particulière, une teneur élevée en carbone (environ 96%) et une surface spécifique interne estimée à environ $325 \text{ m}^2/\text{g}$.

- 5 Bien qu'on ait décrit des modes de réalisation préférée de l'addition, il est entendu que celle-ci n'y est pas limitée et que l'homme de l'art peut y apporter des modifications sans pour autant sortir de son cadre.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de préparation de charbon actif selon la revendication 1 du brevet principal 76.20.389, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

5 A. On disperse des fines particules carbonées et non carbonées dans un liquide de suspension pour former une bouillie renfermant au moins 60% en poids de liquide de suspension.

10 B. On additionne à la bouillie un liquide à écoulement libre qui est un liquide en dessous de 80°C, et lyophobe vis-à-vis du liquide de suspension et des fines particules non carbonées et lyophile vis-à-vis des fines particules carbonées pour former un mélange où moins de 20% en poids du liquide à écoulement libre et des fines particules carbonées et non carbonées sont un liquide à écoulement libre.

15 C. On agite le mélange pour agglomérer préférentiellement lesdites fines particules carbonées afin de former de petits agglomérats tandis que les fines particules non carbonées restent sensiblement non agglomérées dans le mélange,

20 D. On sépare du mélange les petits agglomérats des fines particules carbonées.

 E. On carbonise les petits agglomérats en chauffant à au moins 400°C et,

 F. On active les petits agglomérats séparés de fines particules carbonées pour former du charbon actif.

25 2. Procédé de préparation de charbon actif selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

30 A. On disperse des fines particules de charbon dans un liquide de suspension pour former une bouillie renfermant au moins 60% en poids de liquide de suspension.

35 B. On additionne à la bouillie un liquide à écoulement libre qui est liquide en dessous de 80°C, et lyophobe vis-à-vis du liquide de suspension et des fines particules de cendre du charbon et lyophile vis-à-vis des fines particules carbonées du charbon pour former un mélange où moins de 20% en poids du liquide à écoulement libre et des fines particules carbonées et de cendre sont un liquide à écoule-

ment libre,

C. On agite le mélange pour agglomérer préférentiellement lesdites fines particules carbonées du charbon afin de former de petits agglomérats tandis que les fines particules de cendre du charbon restent sensiblement non agglomérées dans le mélange.

D. On sépare du mélange les petits agglomérats de fines particules carbonées.

E. On carbonise les agglomérats séparés des fines particules carbonées en chauffant à au moins 400°C et

F. On active les agglomérats séparés de fines particules carbonées pour former du charbon actif.

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que le liquide à écoulement libre ajouté dans l'étape B est liquide en dessous de 20°C.

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que moins de 10% en poids du liquide à écoulement libre et des fines particules carbonées et non carbonées dans le mélange formé dans l'étape B sont un liquide à écoulement libre.

5. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que moins de 10% en poids du liquide à écoulement libre et des fines particules carbonées et de cendre dans le mélange formé dans l'étape B sont un liquide à écoulement libre.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la grosseur moyenne des fines particules dispersées dans l'étape A est inférieure à 150 microns.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que l'activation dans l'étape F est réalisée en chauffant les petits agglomérats séparés à au moins 800°C en présence d'une matière choisie parmi la vapeur d'eau, le dioxyde de carbone et le gaz de carneau.

